

Japanese Publication for Examined Patent
Application No. 12304/1966 (*Tokuko sho* 41-12304)

A. Relevance of the Above-identified Document

The following is a partial English translation of exemplary portions of non-English language information that may be relevant to the issue of patentability of the claims of the present application.

B. Translation of the Relevant Passages of the Document

See also the attached English Abstract.

A study was conducted on a method, which improves the foregoing problem, for producing a terephthalic acid particles from an alkali salt water solution of terephthalic acid, the terephthalic acid having good filterability and good sedimentary characteristic. As a result, the present invention was made as follows. In a process of adding an inorganic acid to the alkali salt water solution of the terephthalic acid, so as to produce the terephthalic acid particles, the inorganic acid is added in two stages, and at least 10 minutes (preferably 30 minutes or more) of interval is provided therebetween. The terephthalic acid particles produced in this method exhibited a remarkable improvement in the filterability and the sedimentary characteristic, when compared to that produced in a method in which a pH of 3 or less is

attained in a single stage.

A method of the present invention is a method of producing a terephthalic acid particles from an alkali salt water solution of a terephthalic acid, the method including a process of adding an inorganic acid to the alkali salt water solution of the terephthalic acid, so as to produce the terephthalic acid particles, the process including: (I) a first acid precipitation in which, a pH of the solution is made within a range between 4.0 to 6.0, while a temperature of the alkali salt water solution of the terephthalic acid is maintained at 70°C or higher, preferably at a temperature within a range between 80 to 100 °C; and (II) a second acid precipitation in which the pH of the solution is made 3.0 or below, the first acid precipitation and the second acid precipitation having therebetween at least 10 minutes (preferably 30 minutes or longer) of interval.

With the method of the present invention, it is possible to (I) improve a filtration speed and a sedimentation speed of a terephthalic acid particles obtained, through the acid precipitation, from an alkali salt water solution of a terephthalic acid, and (II) remarkably improve a productivity of a facility.

Claim 1.

A method of producing a terephthalic acid particles characterised by comprising:

a process of adding an inorganic acid to an alkali salt water solution of a terephthalic acid, so as to produce the terephthalic acid particles,

the process including:

(I) a first acid precipitation in which, a temperature of the alkali salt water solution of the terephthalic acid is maintained at 70°C or higher, while a pH of the solution is made within a range between 4.0 to 6.0; and

(II) a second acid precipitation in which the pH of the solution is made 3.0 or below,

the first acid precipitation and the second acid precipitation having therebetween at least 10 minutes of interval.

16 O 61
(16 C 616)
(13 A 32)

特 許 公 報

特 許 出 願 公 告

昭 41-12304

公 告 昭 41. 7. 9

(全 3 頁)

テレフタル酸粒子の生成方法

特 願 昭 38-27646
出 願 日 昭 38. 5. 30
発 明 者 江幡泰行
三島市3700
同 鍵矢良男
同所
同 川合潔
三島市宮川町3388
出 願 人 東洋レーヨン株式会社
東京都中央区日本橋室町2の2
代 表 者 森広三郎
代 理 人 弁理士 田丸巖

図面の簡単な説明

第1図、第2図、第3図は本発明に係るテレフタル酸粒子の濾過および沈降性と酸析方法の関係を示す。

発明の詳細な説明

本発明はテレフタル酸粒子の生成方法に関し、特にテレフタル酸のアルカリ塩水溶液からテレフタル酸粒子を生成せしめる方法に関するものである。

従来、安息香酸又はフタル酸カリの分子内転位反応（いわゆるヘンケル法）によるテレフタル酸の製造工程に於て転位反応の水溶液に鉍酸もしくは有機酸を加えて、テレフタル酸粒子を生成せしめたり、或はテレフタル酸を1成分とするポリエステル組成物、ビス（2-ヒドロキシエチル）テレフタレートもしくはテレフタル酸アルキル等をアルカリ水溶液と共に加熱し、加水分解反応により、テレフタル酸アルカリ塩水溶液を取得し、該アルカリ塩水溶液に鉍酸もしくは有機酸を加えて、テレフタル酸粒子を回収する事は一般に行われている。通常このようにテレフタル酸アルカリ塩水溶液に酸を加えて、テレフタル酸粒子を取得する操作を酸析と称する。酸析によつて得られたテレフタル酸粒子は、酸性水溶液中に懸濁した状態（以下スラリー状態という）で存在しており、該テレフタル酸スラリーからテレフタル酸粒子を分離する操作としては通常濾過、沈澱などが行われる。

然るに酸析によつて得られたテレフタル酸粒子の濾過、沈降は濾過速度、沈降速度が遅く、更に濾過操作に於ては濾布の目詰まりを起しやすいため濾布の洗浄を頻繁に行なう必要があり、沈降操作に於ては、分離液中に含まれるテレフタル酸が多いため損失をきたす等の欠点があつた。

本発明者はかかる欠点を改良し、濾過性、沈降性の良好なテレフタル酸粒子をテレフタル酸アルカリ塩水溶液から生成する方法につき研究の結果、テレフタル酸アルカリ塩水溶液に鉍酸を加えて、テレフタル酸粒子を生成せしめる際に、鉍酸の添加を2段に分けて、第1段と第2段の間に少なくとも10分以上、好ましくは30分以上の時間間隔を設けることにより、一段でpHを3又はそれ以下に到達せしめる方法に比し、顕著な濾過、沈降性の向上を認め、本発明に到達したものである。

本発明の方法は、テレフタル酸アルカリ塩水溶液に鉍酸を加えて、テレフタル酸粒子を生成せしめる際に、該テレフタル酸塩水溶液温度を70℃以上好ましくは80℃～100℃に保持しつつ液のpHを4.0～6.0に到達せしめる第1段酸析と該pHを更に3.0又はそれ以下に到達せしめる第2段酸析とよりなり、第1段酸析と第2段酸析との間に少なくとも10分以上好ましくは30分以上の時間間隔を設ける事からなるテレフタル酸アルカリ塩水溶液からテレフタル酸粒子を生成せしめる方法である。

ここでテレフタル酸アルカリ塩水溶液の濃度はテレフタル酸として1～2％程度の場合に特に有効であるが、10％程度の濃度に於ても有効である。

本発明の方法により、テレフタル酸アルカリ塩水溶液の酸析によつて得られるテレフタル酸粒子の濾過、沈降速度を改善せしめることが可能となり、著しく、設備の生産性を向上せしめる事が可能となるが、更に好ましいことには本発明の方法によつて得られるテレフタル酸粒子のスラリーはかなり濃度が高い場合に於ても、本発明以外の方法によつて得られた該スラリーよりもポンプ輸送が容易で、輸送管中への詰まりを生じにくい利点がある。

これは本発明方法によらないテレフタル酸スラリーが降伏値の大きいビンガム体の流動特性を示すのに対し、本発明方法によつて得られたテレフタル

酸スラリーは降伏値が小さくなり、ダイラタント体の流動特性に類似して来るためと考えられる。

実施例 1

約 0.2 N の水酸化ナトリウム水溶液 1 L にテレフタル酸約 10 g を溶解し、9.8%濃硫酸で酸析し、テレフタル酸スラリーを得た。このテレフタル酸スラリーの 100 cc をとり、ガラスフィルター(17G3)で濾過し、濾液量が 80 cc に達するまでの時間(以下濾過時間という)を測定した。また同じスラリー 200 cc をとり、20℃においてシリンダー中に静置してテレフタル酸粒子を沈降せしめ、1 時間後上層 100 cc を採取しテレフタル酸粒子を濾過乾燥して秤量し、次式で定義する沈

* 降性を求めた。

$$\text{沈降性}(\%) = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100$$

(ただし C_0 : 原スラリー 100 cc 中に含まれるテレフタル酸量(g))

C : 上層 100 cc 中に含まれるテレフタル酸量(g))

酸析開始時のテレフタル酸塩溶液の液温および pH = 3 まで 1 段で酸析した場合と、pH = 4.5 ~ 5.0 までに到達せしめ 30 分間同温度で放置した後 pH = 3 まで酸析する 2 段酸析の場合とについて、テレフタル酸粒子の濾過時間および沈降性を表 1 に示す。

液 温 ℃	50		60		70		80		90	
	1 段	2 段	1 段	2 段	1 段	2 段	1 段	2 段	1 段	2 段
濾過時間(秒)	234	111	160	91	122	88	111	82	106	66
沈 降 性 (%)	2	4	0	10	12	16	30	34	42	50

実施例 2

約 2 N の水酸化カリウム水溶液 1 L にテレフタル酸約 100 g を溶解し、液温を 60℃に保持しつつ 3.5%塩酸を加え、1 段で pH = 2 に到達せしめてテレフタル酸スラリーを得た。これを 2 分して、一方のスラリーについて濾過速度を他方のスラリーについて沈降性を測定した。

測定方法は実施例 1 に同じくしたが、濾過速度は濾液量が 50 cc に達するまでの時間で表わした。以上の結果、濾過速度は 140 秒、沈降性は 13%であつた。

また同様にして得たテレフタル酸カリウム溶液の液温を 80℃に保持しつつ、3.5%塩酸を加え、pH = 5.0 で 30 分放置した後さらに塩酸を追加して pH = 2.0 に到達せしめてテレフタル酸スラリーを得た。これについて濾過速度と沈降性を測定したところ、夫々 113 秒、39%であつた。

実施例 3

約 0.2 N の水酸化ナトリウム水溶液 10 L にテレフタル酸約 100 g を溶解しこれを 5 等分し夫夫液温を 80℃に保持しつつ 9.8%濃硫酸を加え pH = 3, pH = 4, pH = 5, pH = 6, pH = 7

までに到達せしめた 5 水準について 30 分間液温を 70℃に保持した後、夫々を pH = 2 まで酸析してテレフタル酸粒子の濾過時間を実施例 1 と同様に調べた。その結果を第 1 図に示す。

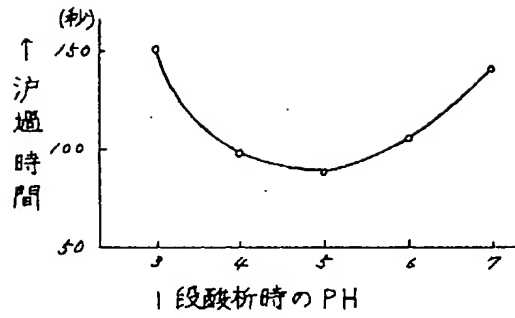
実施例 4

約 0.2 N の水酸化ナトリウム水溶液 10 L にテレフタル酸約 100 g を溶解し液温を 80℃に保持しつつ pH = 4.5 までに到達せしめこれを 5 等分して夫々 70℃で 1 分、5 分、10 分、20 分、30 分放置した後、pH = 3 まで酸析した場合についてテレフタル酸粒子の濾過時間および沈降性を実施例 1 と同様に測定した。その結果を第 2 図、第 3 図に示す。

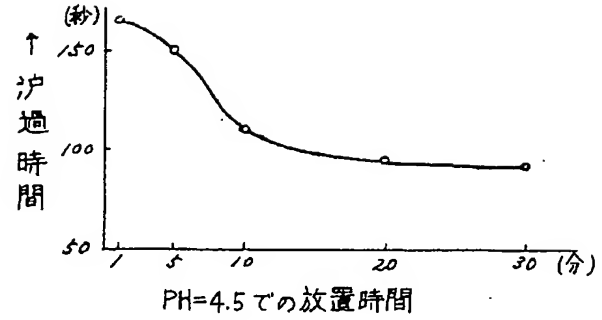
特許請求の範囲

1 テレフタル酸アルカリ塩水溶液に、鉱酸を加えてテレフタル酸粒子を生成せしめる際に該テレフタル酸塩水溶液温度を、70℃以上に保持しつつ液の pH を 4.0 ~ 6.0 に到達せしめる第 1 段酸析と該 pH を更に 3.0 又はそれ以下に到達せしめる第 2 段酸析とより成り、第 1 段酸析と第 2 段酸析との間に少なくとも 10 分以上の時間間隔を設ける事を特徴とするテレフタル酸粒子の生成方法。

第1図



第2図



第3図

